SNI

SNI 06-2120-1991

Standar Nasional Indonesia

Pigmen putih timba

ICS 87.060.10

SNI

SNI 06-2120-1991

Standar Nasional Indonesia

Pigmen putih timbal

ICS 87.060.10

Badan Standardisasi Nasional BSN

PIGMEN PUTIH TIMBAL

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan pigmen putih timbal.

2. DEFINISI

Pigmen putih timbal adalah padatan berbentuk serbuk, berwarna putih tidak larut dalam air, larut baik dalam asam nitrat dengan rumus kimia $2PbCO_3$. Pb $(OH)_2$, yang digunakan pada industri.

3. SYARAT MUTU

— Kadar timbal karbonat, $PbCO_3$	62 — 82 %
— Kadar timbal karbonat basa, $PbCO_3$ + Pb $(OH)_2$.	min. 98 %
— Kadar air	maks. 1.0 %
— Bagian yang tidak lolos mesh no. 325 (45 μm)	maks. 1.0 %

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Sesuai dengan SII. 0426 — 81, *Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan.*

5. CARA UJI

5.1. Penetapan Timbal Karbonat

5.1.1. Penetapan total Pb.

5.1.1.1. Prinsip

Larutan contoh dalam asam asetat glasial, diendapkan dengan kalium dikromat sebagai timbal kromat.
Endapan yang terbaik dihitung sebagai timbal oksida.

5.1.1.2. Peralatan

- Cawan Gooch
- Neraca analitis
- Gelas piala 400 ml
- Gelas ukur 25 ml
- Lemari pengering
- Desikator

5.1.1.3. Bahan-bahan

- Asam asetat glasial
- Amonium hidroksida (B.J. 0,90)
- Alkohol 95 %
- Larutan kalium dikromat (100 g $K_2Cr_2O_7$/liter) larutkan 100 g dari kalium dikromat dalam air dan tepatkan hingga 1 liter.

5.1.1.4. Prosedur

Timbang teliti 1 g contoh, masukkan ke dalam gelas piala 40 ml, basahkan dengan air dan tambah 5 ml asam asetat glasial, panaskan untuk melarutkan contoh dan larutkan dengan lebih kurang 200 ml air.
Netralkan larutan dengan NH_4OH dan kemudian buat sedikit lebih asam dengan asam asetat ± 3 ml. Saring, dan cuci dengan air panas.
Filtrat dan pencucian panaskan hingga mendidih dan tambah 15 ml larutan $K_2Cr_2O_7$. Goyang dan panaskan hingga terjadi endapan kuning — orange, diamkan dan saring dengan cawan Gooch yang diketahui beratnya, cuci dengan menuangkannya dengan air panas, hingga cucian tidak berwarna. Akhirnya pindahkan sisa endapan dari gelas piala ke cawan dan cuci dengan alkohol 95 %. Keringkan di lemari pengering pada suhu 105°C. Selama 1 jam, dinginkan pada desikator, dan timbang sebagai $PbCrO_4$.

5.1.1.5. Perhitungan :

Persentase total Pb sebagai PbO adalah sebagai berikut:

$$PbO. = (A \times \frac{0,687}{B} \times 100\ \%$$

dimana :

A = gram $PbCrO_4$

B = gram contoh

0,687 = factor $PbCrO_4$ menjadi PbO.

5.1.2. Karbon dioksida

5.1.2.1. Prinsip

Dengan penambahan asam nitrat encer, karbon dioksida dapat dibebaskan dari contoh. Karbon dioksida yang dibebaskan dapat dihitung dari berat contoh.

5.1.2.2. Alat-alat

- Alat evolusi CO_2 dengan corong tetes, pendinginan dan susunan alat pemurni yang cocok.
- Gelas ukur 100 ml
- Neraca analitis
- Desikator
- Alat pemanas

5.1.2.3. Bahan-bahan

Asam nitrat (1 + 19)

Campuran 1 bagian asam nitrat (B.J. 1.42) dengan 19 bagian air.

5.1.2.4. Prosedur

- Timbang teliti 2 g contoh, masukkan ke dalam alat evolusi yang telah bersih dan kering.
  Sambung labu evolusi pada labu absorpsi yang mana sebelumnya telah bebas dari CO_2. dan tambah 100 ml HNO_3 (1 + 19), melalui corong pemisah. Bila semua asam nitrat telah masuk putar tutup (sumbat) corong. Panaskan larutan dalam alat perlahan-lahan hingga mendidih dan didihkan selama 5 menit, matikan pemanas, diamkan alat selama 20 menit dinginkan dalam desikator dan timbang.
  Pertambahan/kenaikan penimbangan adalah CO_2.

5.1.2.5. Perhitungan

$$\text{persentase } CO_2 = \frac{W_1}{W_2} \times 100\,\%$$

dimana : W_1 = gram CO_2
W_2 = gram contoh

persentase $PbCO_3$ adalah :

$$PbCO_3 = \frac{(W_1 \times 6{,}073)}{W} \times 100\,\%$$

dimana : W_1 = gram CO_2
W = gram contoh yang dipergunakan untuk penetapan CO_2.

5.2. Penetapan Timbal Karbonat Basa

5.2.1. Perhitungan :

Timbal hydroksida dihitung dari :

Timbal oksida sisa (PbO sisa) x 1,0806
dimana :
Timbal oksida sisa = Total PbO — PbO untuk timbal karbonat $Pb(oH)_2$
1.0806 = factor PbO menjadi
% Timbal karbonat basa $PbCO_3$ + $Pb(OH)_2$ = jumlah dari Timbal karbonat dan timbal hidroksida

5.3. Penetapan Air

5.3.1. Prinsip

Pengeringan contoh pada 105 — 110 °C dan bagian yang menguap dihitung sebagai kadar air.

5.3.2. Alat-alat

- Botol timbang mulut besar bertutup
- Lemari pengering
- Neraca analitis
- Desikator

5.3.3. Prosedur

- Timbang dengan teliti 3 — 5 g contoh ke dalam botol timbang bertutup (yang terlebih dahulu telah diketahui beratnya).
- Kemudian panaskan pada oven suhu 105 — 110 °C selama 2 jam.
- Dinginkan dalam desikator dan timbang sampai berat tetap.

5.3.4. Perhitungan

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{kehilangan berat}}{\text{berat contoh}} \times 100\,\%$$

5.4. Bagian yang tidak lolos Mesh No. 325

5.4.1. Prinsip

Pemisahan secara fisik dengan menggunakan ayakan dan bagian yang tertinggal pada ayakan setelah pengeringan dihitung sebagai bagian yang tidak lolos.

5.4.2. Peralatan

- Ayakan Mesh No. 325 (45 μm).
- Lemari pengering
- Neraca analitis

5.4.3. Prosedur

- Keringkan ayakan dalam sebuah lemari pengering pada suhu 105 ± 2 °C, dinginkan dan timbang dengan neraca analitis (catat beratnya sampai 0.001 gram).
- Timbang teliti 25 gram ± 0.001 gram contoh.
  Basahi ayakan pada kedua sisi dengan alkohol dan pindahkan contoh pigmen ke dalam ayakan dan basahi dengan alkohol.
- Cuci contoh dengan air yang mengalir pada kecepatan pengaliran 300 — 500 ml per menit, sambil digoyang.
- Kuas yang lembut dapat digunakan untuk membantu, dengan cara ayakan dipegang miring sehingga pigmen akan terkumpul di bawah. Saringan diputar dan pigmen disikat dengan kuas dengan cepat, sehingga tidak terjadi penyumbatan saringan.
- Setelah dibagian besar dari pigmen yang halus lolos melalui ayakan (dari 2 menit — 1 jam), tergantung jenis pigmennya. Tempatkan ayakan dalam suatu cawan porselen 203 mm, yang mengandung 250 ml cairan pencuci. Ayakan akan terendam. Bersihkan pigmen yang tinggal pada ayakan, dengan menyekat pada kecepatan 2 sikatan per detik, selama 10 detik. Angkat naikkan ayakan dari cawan setiap 10 detik, untuk membiarkan cairan pada ayakan mengalir turun.
- Ganti cairan dalam cawan tiap 2 priode penyikatan. Pekerjaan ini diulangi hingga cairan pencuci yang melewati ayakan menjadi jernih dan bebas dari partikal.
- Bila pencuci sudah baik, tampung sekitar 200 ml cairan pencuci dalam gelas piala 400 ml cairan yang bersih. Aduk cairan dengan kuat dan letakkan gelas piala pada suatu permukaan yang hitam. Pencucian dianggap sempur-

na bila tidak ada partikel yang nampak pada dasar gelas piala.

- Bila pencucian sudah sempurna, partikel yang menempel pada kuas dikembalikan kesaringan dengan menggunakan air. Tambahkan beberapa tetes alkohol dan kemudian eter untuk mempercepat pengeringan.
- Keringkan ayakan selama 1 jam pada suhu 105 °C, dinginkan dan timbang.

5.4.4. Perhitungan :

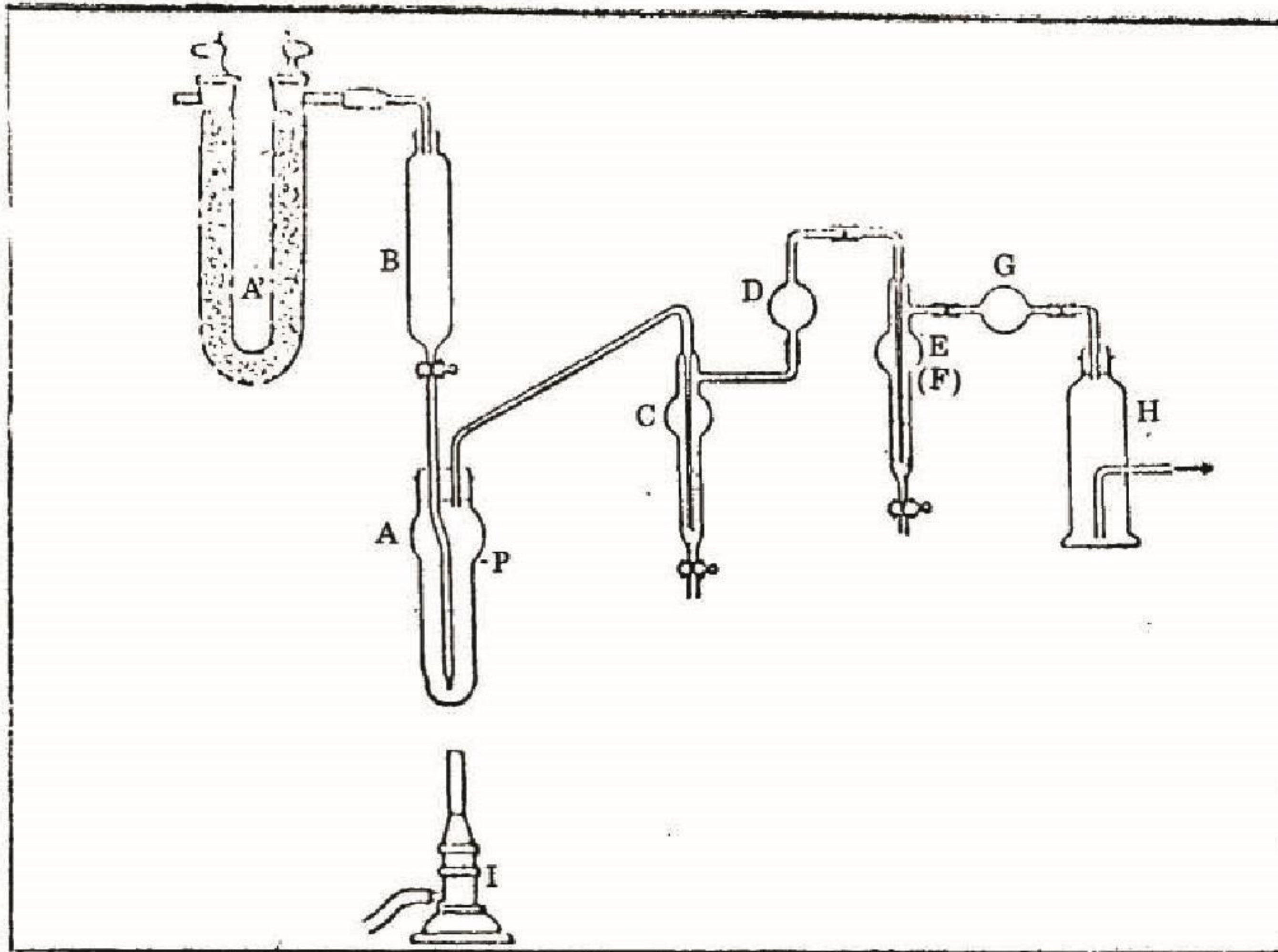
$$\text{Bagian yang tidak lolos ayakan} = \frac{\text{Bagian yang tidak lolos}}{\text{berat contoh}} \times 100\ \%$$

6. CARA PENGEMASAN

Pigmen Putih Timbal dikemas dalam wadah yang rapat, tidak mudah retak, tidak bereaksi dengan isi, harus kedap udara dengan memperhitungkan keamanan, keselamatan selama dalam transportasi dan penyimpanannya.

7. SYARAT PENANDAAN

Pada setiap kemasan harus dicantumkan tanda penandaan yang mudah dibaca, berisikan sekurang-kurangnya:

- Pigmen putih timbal
- Merk
- Berat bersih
- Kadar timbal karbonat
- Kadar timbal karbonat basa
- Nama pabrik
- Alamat pabrik
- Kode produksi (memberi tanda kapan produksi)
- Cara penanganan

Gambar

Alat penentuan Kadar Karbon Dioksida

Keterangan :

A : Tube berisi contoh

B : Tube corong pemisah yang diisi dengan asam

A' : Sebuah tabung absorbsi yang diisi dengan soda — time untuk menyerap agar zat bebas CO_2 diletakkan disamping tabung B.

C : Micro drier berisi air
bertindak sebagai penerima dan penahan sebagian besar asam yang menguap dari tabung A.

D : Buld mengandung butiran-butiran Zn

E : Micro drier berisi $H_2 SO_4$ untuk menarik gas

G : Buld berisi $P_2 0_5$
agar pengeringan gas lebih sempurna

H : Midvale bulb untuk menyerap CO_2.
berisi suatu lapisan glasswool yang diletakkan di atas ujung pipa keluar tabung di tempat dasar dan di atasnya sebuah lapisan $P_2 O_5$ kira-kira 9,5 mm tebalnya, segera di atasnya diletakkan lapisan glasswool dan biarkan botol diisi dengan Ascarite, kecuali untuk lapisan paling atas glasswool.

I : Lampu spritus pemanas